



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
11 DE 3838049 A1

51 Int. Cl. 4:  
G 01 J 3/02  
G 01 N 21/59  
G 01 N 21/25

21 Aktenzeichen: P 38 38 049,8  
22 Anmeldetag: 9. 11. 88  
43 Offenlegungstag: 24. 5. 89

DE 3838049 A1

30 Unionspriorität: 32 33 31  
09.11.87 JP 62-281044

71 Anmelder:  
Hitachi, Ltd., Tokio/Tokyo, JP

74 Vertreter:  
Pagenberg, J., Dr.jur.; Frohwitter, B., Dipl.-Ing.,  
Rechtsanwälte; Geißler, B., Dipl.-Phys.Dr.-jur., Pat.-  
u. Rechtsanw.; Kowal-Wolk, T., Dr.-jur., Rechtsanw.;  
Bardehle, H., Dipl.-Ing.; Dost, W., Dipl.-Chem.  
Dr.rer.nat.; Altenburg, U., Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte,  
8000 München; Hoffmann, W., Dipl.-Phys., Pat.-Ass.,  
7030 Böblingen; Wallinger, M., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.,  
Pat.-Anw., 8000 München

72 Erfinder:  
Minakawa, Sadao, Mito, Ibaraki, JP; Tohyama,  
Shigeo; Kojima, Masaya, Katsuta, Ibaraki, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Spektrophotometer mit einer Probenumrührvorrichtung

Ein Spektrophotometer zum Messen der Änderung des Lichtabsorptionsvermögens von Proben, während die Proben umgerührt werden, das aufweist eine Vielzahl von Probenbehältern, die auf einem Umfang angeordnet sind, Rührwerke, von denen eines in jeweils einem Probenbehälter eingerichtet ist, wobei jedes Rührwerk einen kleinen Magneten aufweist, Magnete auf einer drehenden Scheibe, die sich entlang eines Umfangs so bewegen, daß die Rührwerke durch die gegenseitige Beeinflussung der magnetischen Kraftlinien zwischen den Magneten und den kleinen Magneten in Rotation versetzt werden, und ein optisches Meßsystem, das in solch einer Position angeordnet ist, daß die Probenbehälter einen Lichtweg des optischen Meßsystems kreuzen.

Die Erfindung mit dem obenstehenden Aufbau hat den Vorteil, daß die Reaktionspartner, die in den Proben suspendiert sind, vom Absetzen abgehalten werden, wenn eine große Anzahl von Proben gleichzeitig gemessen wird, um die zeitliche Änderung in dem Lichtabsorptionsvermögen der Proben zu bestimmen, womit genaue Messungen mit hoher Genauigkeit erfolgen können.

DE 3838049 A1

Die Erfindung betrifft ein Spektrophotometer, das gleichzeitige Messungen von zeitlichen Änderungen des Absorptionsvermögens von einer großen Anzahl von Proben machen kann, während diese Proben umgerührt werden.

Als eine herkömmliche Einrichtung zum Umrühren der Proben oder Probenstücke in einem Behälter des Spektrophotometers ist eine Umrührvorrichtung für eine Probe bekannt, in der ein Magnet unmittelbar unter dem Probenbehälter angeordnet ist, der die Probe und das Rührwerk mit einem kleinen Magneten aufnimmt, wobei der vorhandene Magnet in einer festgelegten Lage rotiert, um das Rührwerk in dem Probenbehälter zu bewegen, um dadurch die Probe umzurühren.

Wenn eine Vielzahl von Proben in den Probenbehältern gleichzeitig aufgerührt werden muß, besteht das herkömmliche Verfahren darin, eine gleich Anzahl von Rührvorrichtungen für Einzelproben zu kombinieren.

Das Japanische Patent Nr. 11 57 133 kann als ein Beispiel für solch eine Vorrichtung gelten.

Die herkömmliche Technik jedoch, die einfach eine Anzahl von Einzelproben-Rührvorrichtungen kombiniert, die in der Anzahl den zu untersuchenden Proben entspricht, hat die folgenden Nachteile:

Die Meßvorrichtung, die ein Spektrophotometer verwendet, hat im allgemeinen nur einen einzigen Lichtweg. Demnach müssen, wenn eine große Anzahl von Proben zur gleichen Zeit gemessen werden soll, die Probenbehälter hintereinander einer nach dem anderen in diesen Lichtweg hinein bewegt werden und in einer korrekten Lage eingestellt werden. Während des Zuführens wird der Probenbehälter vom Magneten wegbewegt, der unmittelbar unter dem Probenbehälter rotiert und es gibt einen Augenblick, von dem an die magnetischen Kraftlinien des rotierenden Magneten nicht mehr auf das Innere des Probenbehälters einwirken, mit der Folge, daß die Reaktionspartner, die in der Probe gemischt sind, sich im Behälter absetzen, wodurch es unmöglich gemacht wird, eine korrekte Messung auszuführen.

Die vorliegende Erfindung ist ausgeführt worden, um das oben erwähnte Problem der herkömmlichen Technik zu überwinden. Die Aufgabe der Erfindung ist es, ein Spektrometer mit einem neuen Mechanismus zu schaffen, der gleichzeitige Messungen von zeitlichen Änderungen in dem Absorptionsvermögen (absorbance) einer großen Anzahl von Proben ausführen kann, die mit einer konstanten Geschwindigkeit ständig umgerührt werden, um zu verhindern, daß die Reaktionspartner, die in den Proben suspendiert sind, sich absetzen, wodurch es ermöglicht wird, korrekte Messungen mit hoher Genauigkeit zu erhalten.

Um diese Aufgabe zu erreichen, zeichnet sich das Spektrophotometer der Erfindung dadurch aus, daß eine Vielzahl von Magneten entlang eines Umfangs auf einer rotierenden Scheibe angeordnet sind; daß eine Vielzahl von Probenbehältern, von denen jeder eine Probe und ein Rührwerk mit einem kleinen Magneten enthält, oberhalb entweder der Innen- oder der Außenseite eines Kreises angeordnet sind, der die Zentren der Magnete verbindet; und daß die Scheibe rotiert, um ständig das Rührwerk durch die gegenseitige Einwirkung der magnetischen Kraftlinien von den Magneten und den kleinen Magneten in den Probenbehältern in Rotation zu versetzen, wodurch die Proben in den Behältern mit einer konstanten Geschwindigkeit und zur gleichen Zeit aufgerührt werden, wobei zeitliche Änderungen im

Absorptionsvermögen der Proben gemessen werden.

Deshalb stoßen bzw. ziehen die magnetischen Pole N und S der Magnete, die auf der rotierenden Scheibe angeordnet sind die magnetischen Pole N und S des kleinen Magneten, der in dem Rührwerk in einer Vielzahl von Probenbehälter eingebaut ist, zu bestimmten Zeitabschnitten in Synchronismus mit der Rotation der drehenden Scheibe ab bzw. an, wodurch ein Drehmoment auf das Rührwerk in den Probenbehältern ausgeübt wird. Die Rotationsgeschwindigkeit des Rührwerkes erhöht sich mit der Rotationsgeschwindigkeit der drehenden Scheibe. Da die Wirkung der magnetischen Kraftlinien von der rotierenden Scheibe über den gesamten Umfang auf der drehenden Scheibe gleichförmig ist, bleibt das Drehmoment konstant, das auf den kleinen Magneten in dem Probenbehälter wirkt, wenn der Probenbehälter in Richtung des probenmessenden Lichtweges bewegt wird, so daß verhindert wird, daß das Rührwerk aussetzt, während der Probenbehälter bewegt wird.

Weitere vorteilige Merkmale und Anwendungsmöglichkeiten der vorliegenden Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen in Verbindung mit der Zeichnung. Es zeigen:

Fig. 1 ein schematisches Diagramm einer Ausführungsform der Erfindung, bei dem das optische Meßsystem weggelassen ist;

Fig. 2 eine Aufsicht auf die rotierende Scheibe 5 nach Fig. 1;

Fig. 3 eine Querschnittsansicht, die entlang der Linie I-I von Fig. 1 gemacht ist, wobei das optische Meßsystem hinzugefügt ist;

Fig. 4(a), (b) und (c) sind detaillierte Erläuterungszeichnungen für das Rührwerk 14 von Fig. 1, wobei Fig. 4(b) die Aufsicht auf Fig. 4(a) ist und Fig. 4(c) die Querschnittsansicht entlang der Linie II-II von Fig. 4(b) ist; und

Fig. 5 ein Diagramm, das die zeitliche Änderung des Absorptionsvermögens zeigt.

In Bezug auf Fig. 1, die einen wichtigen Teil einer Ausführungsform nach der Erfindung zeigt, bezeichnet das Bezugszeichen 1 einen Motor, der direkt mit einer Riemenscheibe 2 gekoppelt ist. Die Riemenscheibe 2 ist mit einer anderen Riemenscheibe 4 durch einen Riemen 3 verbunden. Die Riemenscheibe 4 ist sicher an einer drehenden Scheibe 5 befestigt, die, wie in Fig. 2 gezeigt wird, acht Magnete 6 hat, die auf ihr befestigt sind. Die Antriebskraft des Motors 1 wird über die Riemenscheibe 2 und den Riemen 3 auf die Scheibe 5 übertragen, die dann mit hoher Geschwindigkeit in Rotation versetzt wird. Die Magnete 6, die auf der drehenden Scheibe 5 befestigt sind, sind, wie gezeigt wird, mit abwechselnden Polen angeordnet.

Obwohl in der gezeigten Ausführungsform die drehende Scheibe 5 durch einen Motor 1 über die Riemenscheibe 2, den Riemen 3 und die Riemenscheibe 4 angetrieben wird, kann der Motor 1 direkt unter der rotierenden Scheibe 5 installiert werden, wenn dort, unter der rotierenden Scheibe 5, Platz ist, um den Motor anzubringen.

Die Probenbehälter 7 werden auf einen Probenbehälterhalter 8 gestellt. Die Probenbehälter 7 werden durch einen Motor 9 über eine Riemenscheibe 10, einem Riemen 11 und eine Riemenscheibe 12 in Rotation versetzt und hintereinander einem messenden Lichtweg 13 von Fig. 3 zugeführt. Der Lichtweg 13 ist ein Weg, entlang dem Licht von der Lichtquelle 17, wie z. B. einer Wolframlampe oder einer Deuteriumentladungsröhre,

durch den Probenbehälter hindurch tritt, bis es einen Detektor 18 erreicht. Der Probenbehälter 7 hält in einer Position in dem Lichtweg 13 für die Probenmessung an, um die zeitliche Änderung des Absorptionsvermögens in dem Probenbehälter 7 zu messen. Die gemessenen Absorptionsvermögen werden als Absorptionsvermögen A 1, A 2, A 3 und A 4 zu den Zeitpunkten T 1, T 2, T 3, T 4, wie in Fig. 5 gezeigt wird, erhalten.

Das Rührwerk 14 mit einem kleinen Magneten, das in jedem der Probenbehälter 7 eingerichtet ist, ist so, wie in Fig. 4 gezeigt wird. Ganz gleich ob die Probenbehälter 7 stehen oder ob sie zusammen mit dem Probenbehälterhalter 8 bewegt werden, fährt das Rührwerk 14 fort sich mit einer Geschwindigkeit entsprechend der Rotationsgeschwindigkeit der drehenden Scheibe 5 durch die gegenseitige Beeinflussung der magnetischen Kraftlinien der Magneten 6 auf der Scheibe 5 und der des Magneten des Rührwerks zu drehen. Deshalb werden die Proben in den Behältern 7 durch die Rotation der Rührwerke 14 umgerührt.

Wie in Fig. 4 gezeigt wird, hat das Rührwerk 14 einen kleinen Magneten 21, der in einem Kunststoffkörper 20 untergebracht ist. Das Rührwerk 14 hat eine kreuzförmige Ausnehmung, die an der oberen Oberfläche ausgebildet ist und die Effektivität des Umrührens verbessert.

In dieser Ausführungsform ist die Zentrallinie 15 jedes Probenbehälters 7 entweder innerhalb oder außerhalb eines Kreises angeordnet, der die Zentrallinien 16 der einzelnen Magnete 6 verbindet, die auf der drehenden Scheibe 5 befestigt sind, wie in Fig. 1 gezeigt wird, um die gegenseitige magnetische Beeinflussung zu erhalten. Das wird deshalb gemacht, weil der Magnet 6 und der kleine Magnet 21 sich gegenseitig abstoßen, was eine Auf- und Abbewegung des kleinen Magneten 21 in dem Probenbehälter 7 verursacht, wenn die Zentrallinie 15 des Probenbehälters 7 und die Zentrallinie 16 der Magneten 6 auf der drehenden Scheibe 5 auf der gleichen geraden Linie liegen.

Der Aufbau des Spektrophotometers gemäß der vorliegenden Erfindung wird im Nachfolgenden angegeben. Eine Vielzahl von Magneten 6 werden äquidistant nebeneinander entlang eines Umfangs auf der Scheibe 5 angeordnet; eine Vielzahl von Probenbehältern 7, von denen jeder eine Probe und das Rührwerk enthält, wird oberhalb außerhalb oder innerhalb des Kreises angeordnet, der die Zentren der äquidistant angeordneten Magneten 6 verbindet; und wenn die Scheibe 5 in Rotation versetzt ist, dreht sich der kleine Magnet 21 in dem Probenbehälter 7 durch die gegenseitige Beeinflussung der magnetischen Kraftlinien von dem Magneten 6 der Scheibe 5 und dem kleinen Magneten 21, wobei die Drehgeschwindigkeit des kleinen Magneten 21 von der Rotationsgeschwindigkeit der Scheibe 5 abhängt, unabhängig davon, ob die Probenbehälter 7 angehalten sind oder zusammen mit dem Probenbehälterhalter 8 bewegt werden, so daß die Proben in den Behältern 7 umgerührt werden durch die Rotation der kleinen Magneten 21. Genauer gesagt stoßen sich die magnetischen Pole N und S der äquidistant angeordneten Magnete 6 auf der drehenden Scheibe 5 und die magnetischen Pole N und S des kleinen Magneten 21 in den Probenbehälter 7 abwechselnd ab bzw. ziehen sich gegenseitig an zu konstanten Zeitintervallen in Synchronismus mit der Drehung der Scheibe 5, wodurch ein Drehmoment auf den kleinen Magneten 21 in den Probenbehälter 7 ausgeübt wird. Somit wird, auch dann, wenn der Probenbehälter 7 in Richtung des messenden Lichtwegs 13 bewegt wird, der kleine Magnet 21 nicht mit der Rotation

aussetzen, weil die magnetischen Kraftlinien von der drehenden Scheibe 5 über den gesamten Umfang der Scheibe 5 gleichförmig sind und das Drehmoment konstant ist, das auf den kleinen Magneten 21 einwirkt. Deshalb kann durch die fortdauernde Rotation des kleinen Magneten 21 verhindert werden, daß die Reaktionspartner, die in der Probenflüssigkeit suspendiert sind, sich absetzen, wodurch es ermöglicht wird, die Proben gleichzeitig zu messen, um eine zeitliche Änderung des Absorptionsvermögens mit hoher Genauigkeit festzustellen.

In dieser Erfindung mit dem obenstehenden Aufbau kann die Scheibe 5, die gleichzeitig die kleinen Magneten 21 in Rotation versetzt, die jeweils in den zugeordneten Probenbehältern enthalten sind, die auf der Halterung 8 aufgesetzt sind, durch ein einziges Antriebssystem mit jeder Drehgeschwindigkeit in Rotation versetzt werden, die von der Art der Proben abhängt.

Des weiteren ist es durch eine Vergrößerung der Intensität der magnetischen Kraft der Magnete 6 auf der drehenden Scheibe 5 möglich, die Effektivität der Probenumrührung zu erhöhen. Es ist auch möglich, eine sehr große Anzahl von Proben gleichzeitig durch ein Erhöhen der Einrichtungsgröße umzurühren.

Fig. 3 stellt einen Fall dar, in dem das, optische Meßsystem feststeht und die Probenbehälter in Rotation versetzt werden, um den Lichtweg zu kreuzen. Dies kann in einen Aufbau umgewandelt werden, bei dem der Lichtweg 13 bewegt wird und die Behälter 7 fest stehen. Dies erzeugt die gleiche Wirkung.

#### Patentansprüche

1. Spektrophotometer zum Messen einer Änderung in dem Lichtabsorptionsvermögen von Proben, während die Proben umgerührt werden, gekennzeichnet durch:

- (a) eine Vielzahl von Probenbehältern, die auf einem Umfang so angeordnet sind, daß sie entlang des Umfangs bewegt werden können;
- (b) Rührwerke, von denen eines in jeweils einem der Probenbehälter eingerichtet ist, wobei jedes Rührwerk einen kleinen Magneten aufweist;
- (c) Magnete, die sich entlang eines Umfangs neben den Probenbehältern bewegen;
- (d) ein optisches Meßsystem, das in einer solchen Lage angeordnet ist, daß die Probenbehälter, wenn sie bewegt werden, einen Lichtweg des optischen Meßsystems kreuzen.

2. Spektrophotometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sich die Zentren der Magnete auf der Innen- oder Außenseite des Kreises bewegen, der die Zentren der kleinen Magnete verbindet.

3. Spektrophotometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Rührwerk aus einem nichtmagnetischen Körper mit der Funktion des Umrührens und einem kleinen Magneten besteht, der ein Drehmoment auf den nichtmagnetischen Körper ausübt.

4. Spektrophotometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sich die Magneten entlang eines Umfangs mit irgendeiner Drehgeschwindigkeit bewegen, die von der Art der Proben abhängt.

5. Spektrophotometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Magnete auf einer drehenden Scheibe angeordnet sind.

6. Spektrophotometer nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die drehende Scheibe mit einer beliebigen Drehgeschwindigkeit rotiert, die von der Art der Probe abhängt.
7. Spektrophotometer zum Messen einer Änderung 5  
in dem Lichtabsorptionsvermögen von Proben, wobei die Proben umgerührt werden, gekennzeichnet durch:
- (a) eine Vielzahl von Probenbehältern, die auf einem Umfang angeordnet sind; 10
  - (b) Rührwerke, von denen eines in jeweils einem der Probenbehälter eingerichtet ist, wobei jedes Rührwerk einen kleinen Magneten enthält;
  - (c) Magnete, die sich entlang eines Umfangs 15  
neben den Probenbehältern bewegen;
  - (d) ein optisches Meßsystem, in dem sich ein Lichtweg bewegt, um die Probenbehälter nacheinander zu kreuzen.
8. Spektrophotometer nach Anspruch 5, dadurch 20  
gekennzeichnet, daß sich die Zentren der Magnete sich auf der Innen- oder Außenseite eines Kreises bewegen, der die Zentren der kleinen Magnete verbindet.
9. Spektrophotometer nach Anspruch 5, dadurch 25  
gekennzeichnet, daß das Rührwerk aus einem nichtmagnetischen Körper mit der Funktion des Umrührens und einem kleinen Magneten besteht, der ein Drehmoment auf den nichtmagnetischen Körper ausübt. 30
10. Spektrophotometer nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß sich die Magnete entlang eines Umfangs mit irgendeiner Drehgeschwindigkeit bewegen, die von der Art der Probe abhängt.
11. Spektrophotometer nach Anspruch 5, dadurch 35  
gekennzeichnet, daß die Magneten auf der drehenden Scheibe angeordnet sind.
12. Spektrophotometer nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die drehende Scheibe mit einer Drehgeschwindigkeit rotiert, die von der Art 40  
der Probe abhängig ist.

45

50

55

60

65

**Nummer:** 38 38 049  
**Int. Cl.<sup>4</sup>:** G 01 J 3/02  
**Anmeldetag:** 9. November 1988  
**Offenlegungstag:** 24. Mai 1989

FIG. 1

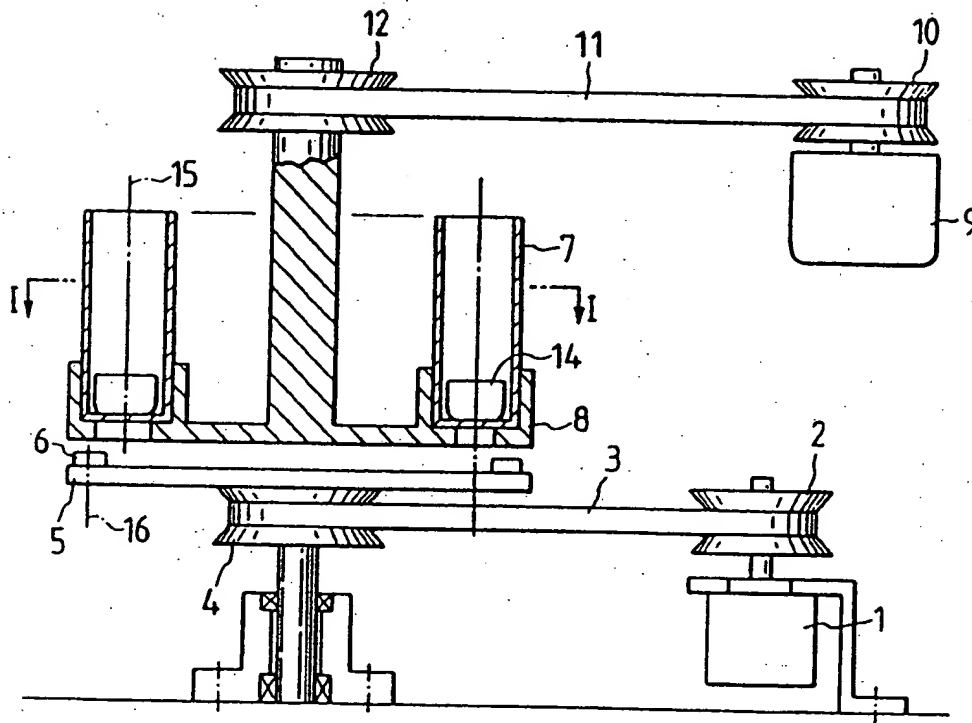


FIG. 2

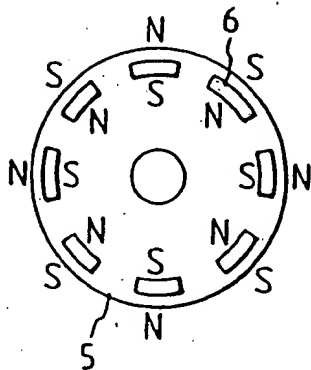


FIG. 3

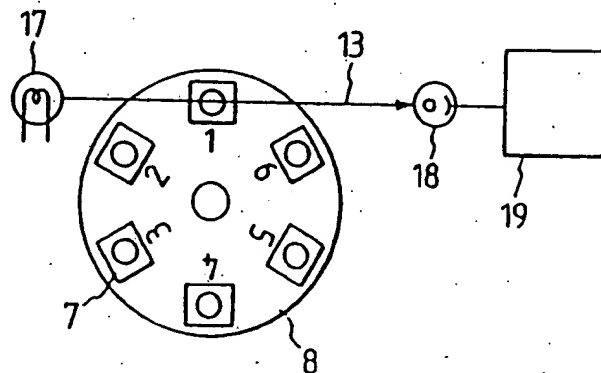


FIG. 4(a) FIG. 4(b) FIG. 4(c)

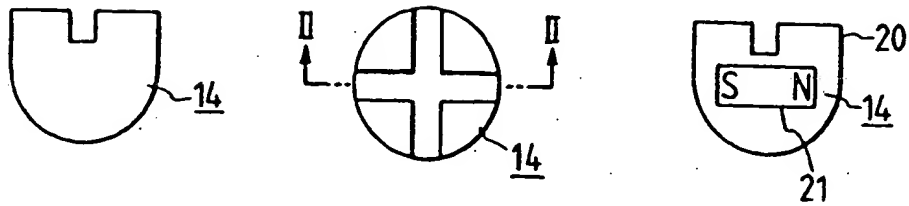


FIG. 5

